

# THERMOGRAVIMETRIC APPARATUS

Patent Number: JP4120440  
Publication dat : 1992-04-21  
Inventor(s): HARIGAI TETSUZO  
Applicant(s):: SHIMADZU CORP  
Requested Patent: ☐ JP4120440  
Application Number: JP19900241531 19900912  
Priority Number(s):  
IPC Classification: G01N5/04  
EC Classification:  
Equivalents:

## Abstract

**PURPOSE:** To calibrate a temperature detector by a method whereby a magnetic material the Curie temperature of which is known is accommodated in a saucer, and the temperature is raised, and the Curie temperature is measured.

**CONSTITUTION:** A beam 1 is supported at a fulcrum 2, holding a saucer 4 at one end and a weight pan 5 at the other end. A current is fed to a coil 8 so as to turn the beam 1 in the balanced state. A heater 10 is provided in the periphery of the saucer 4 and a temperature detector 9 is placed on the saucer 4. When the detector 9 is to be calibrated, a magnetic material the Curie temperature  $T_c$  of which is known is put in a sample saucer 3, then set on the saucer 4. In this state, a direct current superimposed with an alternating power is supplied to the heater 10. This direct current generates a magnetic force and attracts the magnetic material, thereby making the beam 1 generate a magnetic suction force. When the magnetic body reaches the temperature  $T_c$ , it loses its magnetism, and therefore the load acting on the beam 1 is reduced. Accordingly, the fact that the magnetic body reaches the temperature  $T_c$  is detected. The detector 9 can be calibrated with high accuracy by detecting the difference between the detecting temperature of the detector 9 and the temperature  $T_c$ .

Data supplied from the **esp@cenet** database - 12

## ⑫ 公開特許公報(A) 平4-120440

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>

G 01 N 5/04

識別記号

庁内整理番号

A 7172-2J

⑬ 公開 平成4年(1992)4月21日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 熱重量測定装置

⑯ 特 願 平2-241531

⑰ 出 願 平2(1990)9月12日

⑱ 発 明 者 針 谷 哲 三 東京都調布市柴崎1丁目63-1 株式会社島津製作所東京  
分析センター内

⑲ 出 願 人 株式会社島津製作所 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

⑳ 代 理 人 弁理士 木村 勝彦 外1名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

熱重量測定装置

## 2. 特許請求の範囲

ヒームに吊線により垂設された試料受け皿の近傍に、前記吊線方向に磁力線を発生するように抵抗線をコイル状に巻回した試料加熱用ヒータを設けるとともに、前記試料皿に収容された磁性体の荷重を減少、または増加させるように前記ヒータに直流電流を供給する直流電流発生手段を備える熱重量測定装置。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、熱重量測定装置における温度校正技術に関する。

(従来技術)

熱重量測定装置は、サンプルの温度を一定速度で変化させながら、サンプルの重量変化を測定するもので、サンプルの温度と重量の測定精度が分析結果を大きく左右する。

ところで、熱重量測定装置は、試料の温度が1つの測定パラメータであるとともに、その重量変化も測定パラメータとなっているから、試料温度を検出する温度検出器は試料に接触しない位置に配置されることになる。このため、試料の実際の温度と、温度検出器により検出された温度との誤差を校正しておくことが必要となる。このための1つの手法として、第4図に示したように既知のキュリー温度を有する磁性体Aを試料皿Bに収容し、この磁石体Cの磁力を磁性体に作用させながら温度を上昇させ、磁性体がキュリー温度に到達すると、磁性を失って重量変化として検出されることを利用して、温度検出器Dによる検出温度と磁性体Aのキュリー温度とを比較して、温度検出器Dの誤差を測定することが行なわれている。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、温度校正の度に試料皿Bの磁性体Aに磁力を作用させるための磁石体Cを加熱炉E内に挿入する作業が必要となり、校正作業が面倒であるばかりでなく、試料皿B近傍の温度分布

が磁石体により乱されて校正精度が低下するという問題がある。

本発明はこのような問題に鑑みてなされたものであって、その目的とするところは磁石体の挿入作業を不要とすることができる新規な熱重量測定装置を提供することである。

(課題を解決するための手段)

このような問題を解消するために本発明においては、ビームに吊線により垂設された試料受け皿の近傍に、前記吊線方向に磁力線を発生するように抵抗線をコイル状に巻回した試料加熱用ヒータを設けるとともに、前記試料皿に収容された磁性体の荷重を減少、または増加させるように前記ヒータに直流電流を供給する直流電流発生手段を備えるようにした。

(作用)

温度校正時に受け皿にキューリ温度が既知の磁性体を収容してヒータに直流電流を供給しながら温度を上昇させると、磁性体がキューリ温度以下ではヒータに供給されている直流電流による磁力

ている。受け皿の周囲には隔壁を介してヒータ10が設けられ、また試料皿3に接触しない程度に接近させて熱電対等の温度検出器9が配置されている。

このヒータ10は、第2図に示したように吊線6を軸線とするようにして抵抗線11をコイル状に巻回して構成されている。そして、これには温度検出器9からの温度信号を受けて予め設定された条件で温度を変化させるに必要な電流を供給する温度制御装置12により作動する電流調節回路13を介して交番電力が供給され、また交番電流に重量するように受け皿3の一方の面、この実施例では下方から磁力を与える程度の直流電流を供給する直流電流発生回路14が接続されている。

この実施例において、分析に先立って温度検出器の校正を行なうべく、キューリ温度 $T_c$ が既知の磁性体を試料皿3に収容して受け皿4にセットし、またヒータ10に加熱用の交番電力と直流電流を供給する。

この段階では受け皿4に収容された磁性体は、

線により磁性体が磁気吸引力を受け、また磁性体がキューリ温度に到達すると、磁性体が磁性を失って磁気吸引力から開放されて、キューリ温度到達前後で重量変化を生じることになる。この重量変化時点における温度検出器の温度とキューリ温度との差を検出することにより誤差が判明する。

磁性体に磁力を作用させるための磁石体が存在しないから、分析時と同一の熱環境により温度校正を行なうことができる。

(実施例)

そこで以下に、本発明の詳細を図示した実施例に基づいて説明する。

第1図は本発明の一実施例を示すものであって、図中符号1は、支点2により回転可能に支持されたビームで、一端には試料Sを収容する試料皿3がセットされる受け皿4が、また他端には分銅皿5がそれぞれ吊り線6、7により垂設され、常時平衡を取るように制御された電流が供給されるコイル8からの回転力を受けるように構成され

キューリ温度以下であるから磁性を有しており、したがってヒータに供給されている直流電流により発生する磁力により吸引されてビームに重量以外に、磁気吸引力を作用させることになる(第3図)。

このようにしてヒータ10の温度が変化して磁性体の温度がキューリ温度 $T_c$ に到達すると、磁性体が磁性を消失してヒータ10からの磁力に吸引されなくなり、ビーム1に作用する荷重が $\Delta W$ だけ軽減する。これにより試料皿3もしくは磁性体がキューリ温度 $T_c$ に到達したことが判明するから、この時の温度検出器9の温度 $T$ を読取ると、キューリ温度 $T_c$ と温度検出器9により検出された温度 $T$ との差分 $\Delta T$ が誤差として検出されることになる。

もとより、受け皿4の近傍は、通常の測定時と同一の熱環境におかれており、しかもヒータ10からの磁力線によっては熱環境が乱されることがないから、極めて高い精度で温度校正を行なうことができる。

このようにして検出された誤差  $\Delta T$  に基づいて温度制御装置 12 を校正して、直流電流の供給を停止することにより高い精度での熱分析が可能となる。

なお、この実施例においては、ヒータの下半部に直流電流を供給するようにしているが、上半部に直流電流を供給してキュリー温度到達時に重量を増加もしくは減少させるようにしても同様の作用を奏することは明らかである。

また、この実施例においては加熱用の電流に重畳するようにして磁力発生用の直流電流を印加しているが、加熱電力の一部を直流電力とすることにより磁力発生用の電力供給を不要とすることができる。

(発明の効果)

以上説明したように本発明においては、ヒームに吊線により垂設された試料受け皿の近傍に、吊線方向に磁力線を発生するように抵抗線をコイル状に巻回した試料加熱用ヒータを設けるとともに、試料皿に収容された磁性体の荷重を減少、ま

たは増加させるようにヒータに直流電流を供給する直流電流発生手段を備えるようにしたので、温度校正時に受け皿にキュリー温度が既知の磁性体を収容してヒータに直流電流を供給しながら、温度を上昇させ、磁性体がキュリー温度に到達すると、磁性体に作用する磁力が消失して、重量変化として検出することができる。この時の温度検出器の温度とキュリー温度との差を検出することにより誤温度検出器の校正時に磁石体の挿入を不要として温度環境に乱れを生じさせることなく、したがって温度検出器を高い精度で校正することができるだけでなく、磁石体の挿入、退避の差行が不要となる。

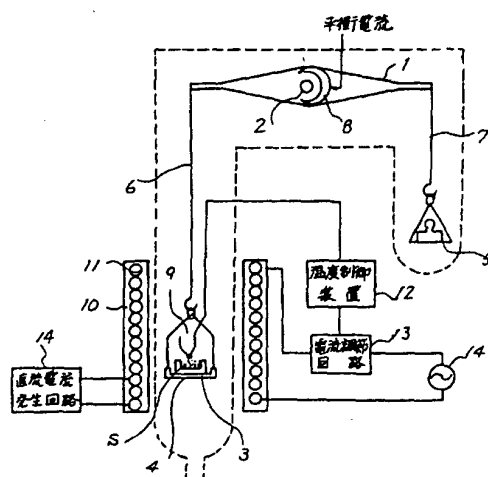
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例を示す装置の構成図、第2図は同上装置におけるヒータの巻線構造を示す図、第3図(I)乃至(III)はそれぞれ同上装置の動作を示す図、及び第4図は従来の温度校正法を示す説明図である。

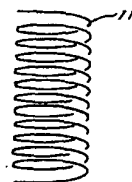
- |            |           |
|------------|-----------|
| 1 …… ヒーム   | 3 …… 受け皿  |
| 9 …… 温度検出器 | 10 …… ヒータ |
| 11 …… 抵抗線  |           |

出願人 株式会社 島津製作所  
代理人 弁理士 木 村 勝 彦  
同 西 川 慶 治

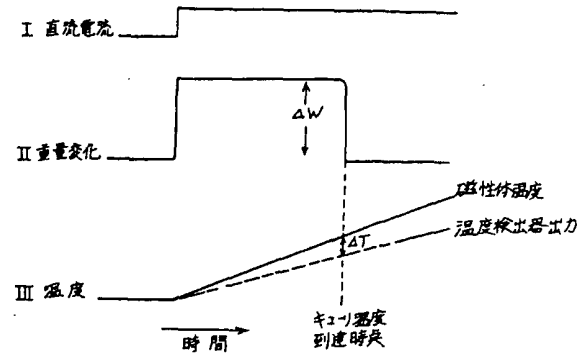
第 1 図



第 2 圖



第 3 図



第 4 図

